

AQUEOUS LAPPING LIQUID AND AQUEOUS LAPPING COMPOUND

Patent number: JP2003124159
Publication date: 2003-04-25
Inventor: KAWAMATA TAIGA; HORINOUCHI MASATOSHI
Applicant: ASAHI DENKA KOGYO KK
Classification:
- **international:** H01L21/304; B01F17/42; B24B37/00; C09K3/14;
C10M101/02; C10M129/16; C10M145/30; C10M173/00;
C10N40/22
- **european:**
Application number: JP20010317803 20011016
Priority number(s): JP20010317803 20011016

[Report a data error here](#)

Abstract of JP2003124159

PROBLEM TO BE SOLVED: To provide aqueous lapping liquid and aqueous lapping compound which are free from anxieties about the problem of biodegradability when alkylphenol compound is used as dispersing agent and endocrine problem that chemical substance disrupts endocrine system of organisms, and have good abrasive dispersion, cutting workability and polishing workability which are equivalent to those of lapping liquid and lapping compound using alkylphenol abrasive dispersion agent. **SOLUTION:** The aqueous lapping liquid and aqueous lapping compound formed by incorporating abrasive in the lapping liquid contain abrasive dispersing agent expressed by RIO-(AIO)_m (1) (wherein RI is alkyl group or alkenyl group, (AIO)_m expresses polyoxyalkylene group constituted of copolymerization of ethylene oxide and 3 or more C alkylene oxide, and m expresses a number of 2 or more) as an (A) element, lubricating base oil as a (B) element and water as a (C) element.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11)特許出願公開番号
特開2003-124159
(P2003-124159A)

(43)公開日 平成15年4月25日(2003.4.25)

(51) Int.Cl. 識別記号
 H 01 L 21/304 6 2 2
 B 01 F 17/42
 B 24 B 37/00
 C 09 K 3/14 5 5 0
 C 10 M 101/02

F I		テ-マコト(参考)	
H 0 1 L	21/304	6 2 2 D	3 C 0 5 8
B 0 1 F	17/42		4 D 0 7 7
B 2 4 B	37/00	H	4 H 1 0 4
C 0 9 K	3/14	5 5 0 Z	
C 1 0 M	101/02		

審査請求 未請求 請求項の数11 OL (全 11 頁) 最終頁に続く

(21)出願番号 特願2001-317803(P2001-317803)

(22) 出願日 平成13年10月16日(2001. 10. 16)

(71) 出願人 000000387
旭電化工業株式会社

(72)発明者 川俣 大雅
東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電

(72) 発明者 堀之内 雅敏
東京都荒川区東尾久7丁目2番35号 旭電
化工業株式会社内

(74) 代理人 100077698
弁理士 吉田 勝広 (外2名)

〔54〕【発明の名称】 水系ラップ液及び水系ラップ剤

(57) 【要約】

(57) 【要約】
【課題】 アルキルフェノール系化合物を分散剤として用いた場合の問題点である生分解性、及び、化学物質が生物の内分泌系を攪乱するというエンドクリン問題の懸念がなく、更に、アルキルフェノール系の砥粒分散剤を用いたラップ液及びラップ剤と同等の、優れた砥粒分散性、切断加工性及び研磨加工性を有する水系ラップ液及び水系ラップ剤を提供すること。

【解決手段】 (A) 成分として、下記の一般式 (1)

(式中、R¹はアリル基又はアルケニル基を表わし、(A¹O)_mは、エチレンオキサイド及び炭素数3以上のアルキレンオキサイドの共重合によって構成されたポリオキシアルキレン基を表わし、mは2以上の数を表わす。)で表わされる砥粒分散剤；(B)成分として、潤滑性基油；及び(C)成分として、水を含有することを特徴とする水系ラップ液、及び該ラップ液に砥粒を含むさせた水系ラップ剤。

最終頁に続く

【特許請求の範囲】

【請求項1】 (A) 成分として、下記の一般式 (1)

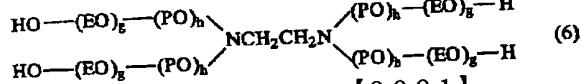
(式中、R¹はアルキル基又はアルケニル基を表わし、(A¹O)_mは、エチレンオキサイド及び炭素数3以上のアルキレンオキサイドの共重合によって構成されたポリオキシアルキレン基を表わし、mは2以上の数を表わす。)で表わされる砥粒分散剤；(B)成分として、潤滑性基油；及び(C)成分として、水を含有することを特徴とする水系ラップ液。

【請求項2】 (A) 成分が、下記の一般式 (2)

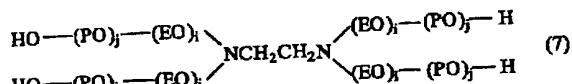
(式中、 R^1 は(1)式の R^1 、 (A^2O) は(2)式の A^2O を表わし、 $(2)A^2O$)は炭素数3以上のオキシアルキレン基を表わし、nは0又は1以上の数を表わし、p及びqは1以上の数を表わし、 R^1 は一般式(1)と同義である。)で表わされる研粒分散剤である請求項1に記載の水系ラップ液。

【請求項3】 一般式(1)又は(2)において、炭素数3以上のアルキレンオキサイドが、プロピレンオキサイド又はブチレンオキサイドである請求項1又は2に記載の水系ラップ液。

【請求項4】 (B) 成分である潤滑性基油が、パラフ



(式中、EO及びPOは一般式(4)と同義であり、g及びhは1以上の数を表わす。)



(式中、EO及びPOは一般式(4)と同義であり、i及びjは1以上の数を表わす。)で表わされるポリエーテル化合物の、何れか1種又は2種以上の混合物である請求項1、2、3又は5の何れか1項に記載の水系ラッブ液。

【請求項7】 更に、(D)成分として防錆剤を含有する請求項1乃至6の何れか1項に記載の水系ラップ液。

【請求項8】 請求項1乃至7の何れか1項に記載の水系ラップ液又はその希釈液に、更に砥粒を含有することを特徴とする水系ラップ剤。

【請求項9】 請求項1乃至8の何れか1項に記載の水系ラップ液又は水系ラップ剤を使用して被切断材料を切断する切断加工方法。

【請求項10】 請求項1乃至8の何れか1項に記載の水系ラップ液又は水系ラップ剤を使用して被研磨材料を研磨する研磨加工方法。

【請求項 1】 請求項 1 乃至 8 の何れか 1 項に記載の水系ラップ液又は水系ラップ剤を使用して半導体を研磨加工する研磨加工方法。

【発明の詳細な説明】

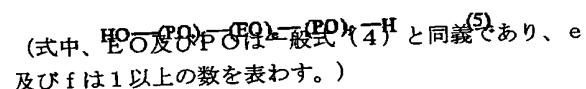
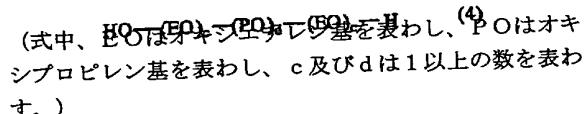
イン系又はナフテン系の鉱油である請求項1乃至3の何れか1項に記載の水系ラップ液。

【請求項 5】 (B) 成分である潤滑性基油が、下記の
般式 (3)



(式中、R²は2価以上のポリオールから水酸基を除いた残基を表わし、A³Oはオキシアルキレン基を表わし、aは2以上の数を表わし、bはポリオールの水酸基の数と同数を表す2以上の数である。) で表わされるポリエーテル化合物である請求項1乃至3の何れか1項に記載の水系ラップ液。

【請求項 6】 (B) 成分である潤滑性基油が、下記の一般式 (4) ~ (7)



【0001】
【発明の属する技術分野】本発明は、分散された砥粒を利用して、半導体、セラミックス、水晶、ガラス、超硬工具等の脆性材料を切断加工又は研磨加工するのに用いられる水系ラップ液又は水系ラップ剤に関する。

[0002]

【従来の技術】砥粒を分散させたスラリー状の加工剤を、被加工物と工具の間にに入れ両者に圧力を加えながら相対運動をすることにより、被加工物の切断や表面研磨を行なう加工方法がある。このような加工方法は、主に、剪断変形では加工できない脆性材料、例えば、半導体、水晶、ガラス、超硬工具等の加工に用いられている。こうした加工で用いられる、砥粒を分散させた加工液をラップ剤と呼ぶ。

【0003】このような加工方法では、砥粒は、あらかじめ液に分散された形態で使用業者に供給されることもあるが、輸送及び貯蔵場所等の問題から、使用業者が作業現場において、濃厚な加工液を必要に応じて水等で希釈した後、砥粒を分散させて用いられることが多い。本発明では、砥粒を分散させる前の濃厚な加工液をラップ液、このラップ液を必要に応じて水等で希釈した後、砥粒を分散させたものをラップ剤と呼ぶ。ラップ剤を用いた研磨加工をラッピングと言うが、砥粒がコロイダルシリカ等の微粒子であるラップ剤を用いた精密研磨加工を、特にポリッシングと呼ぶ場合がある。

【0004】ラップ剤は通常、水、鉱油、合成油、油脂等の液体に微細粉末状の砥粒を分散させたものであるが、加工精度を維持するためには、砥粒をラップ剤中に長時間安定に分散させることが必要である。砥粒の分散が不安定であると、砥粒の沈降や不均一分散が生じ、加工能率及び加工精度が著しく低下する。特に、水系のラップ剤においては、砥粒が沈降し易いため、ラップ剤における砥粒の分散安定化は大きな課題である。

【0005】砥粒の分散剤としては、従来、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物が使用されてきた。アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物は、砥粒分散性等に優れた効果を示すが、難生分解性であるため、環境中へ放出された場合に長期間分解を受けて、環境を汚染する恐れがあった。また、近年では、ノニルフェノールが生物に対し、擬似ホルモン作用を発現し内分泌系を攪乱する作用があるのではないかという、いわゆるエンドクリン問題への懸念もあり、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物についても代替品が模索されていた。

【0006】アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物を使用しない水系ラップ剤としては、例えば、特開平3-181598号公報ではポリアルキレングリコール誘導体又は高分子糖類を増粘剤としたラップ剤が、特開平9-36074号公報ではプロロニック型又はPO/EOランダム型のポリエーテル系界面活性剤を砥粒分散剤としたラップ剤が、特開平10-204419号公報ではポリアルキレングリコールの末端ジエーテルを砥粒分散剤としたラップ剤が、特開2000-141210公報では脂肪族ジカルボン酸と、アルコールのエチレンオキサイド付加物、ポリオキシエチレン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステル、ソルビタン脂肪酸エステルのエチレンオキサイド付加物、ポリオキシエチレンポリオキシプロピレンプロックポリマー若しくは脂肪酸ジエタノールアミドとを含有するラップ剤が、特開2000-345145公報では、炭素数6~24のアルコールのエチレンオキサイド付加物を砥粒分散剤としたラップ剤等が提案されている。しかしながら、これらのラップ剤は、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物を砥粒分散剤とするラップ剤と比較し、砥粒の分散性が不充分であるために砥粒が沈降し易いという欠点があった。

【0007】

【発明が解決しようとする課題】従って、本発明の目的は、アルキルフェノール系化合物を分散剤として用いた場合の問題点である生分解性、及び、化学物質が生物の内分泌系を攪乱するというエンドクリン問題の懸念がなく、更に、アルキルフェノール系の砥粒分散剤を用いたラップ液及びラップ剤と同等の、優れた砥粒分散性、切断加工性及び研磨加工性を有する水系ラップ液及び水系ラップ剤を提供することにある。

【0008】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者らは銳意検討し、特定の構造を有する砥粒分散剤が、研磨性能に悪影響を与える、砥粒の分散安定性がアルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物と同等で、しかも環境に対する悪影響がほとんど無いラップ剤が得られることを見いだし、本発明を完成させた。即ち、本発明は、

(A) 成分として、下記の一般式(1)

(式中、R¹はアルキル基又はアルケニル基を表わし、(A¹O)_mは、エチレンオキサイド及び炭素数3以上のアルキレンオキサイドの共重合によって構成されたポリオキシアルキレン基を表わし、mは2以上の数を表わす。)で表わされる砥粒分散剤；(B) 成分として、潤滑性基油；及び(C) 成分として、水を含有することを特徴とする水系ラップ液、及び該ラップ液に砥粒を含有させた水系ラップ剤である。

【0009】

【発明の実施の形態】まず、本発明の(A)成分について説明する。本発明の(A)成分は、一般式(1)で表わされる砥粒分散剤である。一般式(1)において、R¹は、アルキル基又はアルケニル基を表わす。アルキル基としては、例えば、メチル、エチル、プロピル、ブチル、ペンチル、ヘキシル、ヘプチル、オクチル、ノニル、デシル、ウンデシル、ドデシル、トリデシル、テトラデシル、ヘキサデシル、オクタデシル、エイコシル、ドコシル、テトラコシル、トリアコンチル等の直鎖アルキル基；イソプロピル、2級ブチル、2級ベンチル、2級ヘキシル、2級ヘプチル、2級オクチル、2級ノニル、2級デシル、2級ウンデシル、2級ドデシル、2級トリデシル、2級テトラデシル、2級ヘキサデシル、2級ヘキタデシル等の2級アルキル基；イソブチル、1-エタノラリブチル、イソペンチル、ネオペンチル、ターシャリヤブチル、イソヘキシル、イソオクチル、2-エチルヘキシル、イソノニル、イソデシル、イソウンデシル、2-メチルデシル、イソトリデシル、2-メチルドデシル、2-ブチルオクチル、2-ブチルデシル、2-メチルテトラデシル、2-ヘキシルオクチル、2-ヘキシルデシル、2-オクチルデシル、2-ヘキシルドデシル、2-オクチルドデシル、2-デシルテトラデシル、2-ドデシルヘキサデシル、2-ヘキサデシルオクタデシル、2-テトラデシルオクタデシル、モノメチル分枝イソステアリル等の分岐アルキル基等が挙げられる。

【0010】また、アルケニル基としては、例えば、ビニル、アリル、イソプロペニル、ブテニル、イソブテニル、ペンテニル、イソペンテニル、ヘキセニル、ヘプテニル、オクテニル、ノネニル、デセニル、ウンデセニル、ドセニル、テトラデセニル、オレイル等が挙げられる。

【0011】これらのアルキル基又はアルケニル基の中

でも、炭素数4～22のアルキル基又はアルケニル基が好ましく、炭素数5～18のアルキル基又はアルケニル基が更に好ましく、炭素数6～11のアルキル基が最も好ましい。

【0012】また、一般式(1)において、 $(A^1O)_n$ は、エチレンオキサイド及び炭素数3以上のアルキレンオキサイドの共重合によって構成されたポリオキシアラルキレン基を表わす。炭素数3以上のアルキレンオキサイドとしては、プロピレンオキサイド、ブチレンオキサイド、 α -オレフィンオキサイド、スチレンオキサイド等が挙げられる。炭素数3以上のアルキレンオキサイドとしては、プロピレンオキサイド又はブチレンオキサイドが好ましい。アルキレンオキサイド等を付加することによって $(A^1O)_n$ の部分を形成する場合は、付加させるアルキレンオキサイド等により A^1O が決定される。付加させるアルキレンオキサイド等の重合形態は特に限定されず、2種類以上のアルキレンオキサイド等のランダム共重合、ブロック共重合又はランダム/ブロック共重合等であってよいが、特に好ましい重合形態は、ブロック共重合である。尚、 $(A^1O)_n$ 中のオキシエチレン基の割合は、30~90質量%が好ましく、40~85質量%が更に好ましく、50~80質量%が最も好ましい。オキシエチレン基の割合がこの範囲外の場合には、砥粒の分散安定性が悪化する場合があるためである。

【0013】また、一般式(1)において、 m は2以上の数を表わし、好ましくは4~20、より好ましくは5~16、最も好ましくは6~11である。 m がこの範囲外の場合には、砥粒の分散安定性が悪化する場合があるためである。

【0014】本発明の(A)成分である一般式(1)で表わされる砥粒分散剤の中でも、一般式(2)で表わされる砥粒分散剤が、特に砥粒分散性に優れており好ましい。一般式(2)において、R¹は一般式(1)と同様にアルキル基又はアルケニル基を表わし、EOはオキシエチレン基を表わし、A²Oは炭素数3以上のオキシアルキレン基を表わす。また、nは0又は1以上の数を表わし、n及びqは1以上の数を表わす。

【0015】本発明の(A)成分である一般式(1)で表わされる砥粒分散剤は、従来のノニルフェノール系の砥粒分散剤と比較して生分解性に優れているため、環境中に残留することが少ない。また、ノニルフェニル基を持たないため、ノニルフェノールに由来する、いわゆるエンドクリン問題への懸念が解消される。従って、本発明のラップ剤が環境中に排出されたとしても、環境への悪影響が極めて少ない。また、本発明の砥粒分散剤は、砥粒の分散が安定しており、ノニルフェノール系の砥粒分散剤と同等かそれ以上であり、他の従来の砥粒分散剤よりも優れている。また、アルキルフェノールのエチレンオキサイド付加物は、ラップ剤に水に不溶な成分を加える場合、こうした成分の水に対する、乳化剤、分散

剤、可溶化剤等の効果もあったが、一般式(1)で表わされる砥粒分散剤は、こうした効果においても、ノニルフェノール系の砥粒分散剤と同等かそれ以上である。

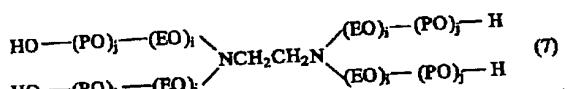
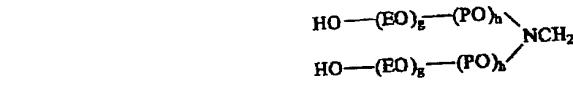
【0016】次に、本発明の(B)成分である潤滑性基油について説明する。本発明の(B)成分である潤滑性基油は、公知ものが使用できる。こうした潤滑性基油としては、鉱油、合成油、油脂等が挙げられる。ここで、鉱油とは、天然の原油から分離、蒸留、精製されるものをいい、パラフィン系、ナフテン系、あるいはこれらを水素化処理、溶剤精製したもの等が挙げられる。これらの中には、いわゆるスピンドル油、マシン油、ターピン油、シリンドラー油と称されている鉱油が含まれる。また、合成油とは、化学的に合成された潤滑油であって、ポリ- α -オレフィン、ポリイソブチレン(ポリブテン)、ジエステル、ポリオールエステル、リン酸エステル、ケイ酸エステル、ポリアルキレングリコール、ポリフェニルエーテル、シリコーン、フッ素化化合物、アルキルベンゼン、アルキルナフタレン等である。また、油脂とは、例えば、牛脂、豚脂、ナタネ油、ヤシ油、バーム油、ヌカ油、大豆油或いはこれらの水素添加物等が挙げられる。なかでも好ましいのは、パラフィン系若しくはナフテン系の鉱油、又は一般式(3)で表わされるポリエーテルである。

【0017】パラフィン系又はナフテン系の鉱油としては、40℃での動粘度は0.5~100mm²/sが好ましく、1~60mm²/sがより好ましい。40℃での動粘度が0.5mm²/sより低い場合は、加工能率や被加工物の表面粗さが悪化し、100mm²/sよりも高い場合は、加工後の被加工物の洗浄性が悪化することがあるためである。

【0018】また、一般式(3)で表わされるポリエーテルにおいて、R²は、2価以上のポリオールから水酸基を除いた残基を表わす。こうしたポリオールとしては、例えば、エチレングリコール、プロピレングリコール、1,2-ブタンジオール、1,3-ブタンジオール、1,4-ブタンジオール、1,5-ペンタンジオール、ネオペンチルグリコール、イソブレングリコール(3-メチル-1,3-ブタンジオール)、1,2-ヘキサンジオール、1,6-ヘキサンジオール、3-メチル-1,5-ペンタンジオール、1,2-オクタンジオール、オクタンジオール(2-エチル-1,3-ヘキサンジオール)、2-ブチル-2-エチル-1,3-プロパンジオール、1,2-デカンジオール、1,2-ドデカンジオール、1,2-テトラデカンジオール、1,2-ヘキサデカンジオール、1,2-オクタデカンジオール、1,12-オクタデカンジオール、1,2-シクロヘキサンジオール、1,4-シクロヘキサンジメタノール、水素化ビスフェノールA、ソルバイド、メチルジエタノールアミン等の2価アルコール；グリセリン、1,2,3-ブタントリ

オール、1, 2, 4-ブタントリオール、2-メチル-1, 2, 3-プロパントリオール、1, 2, 3-ペンタントリオール、1, 2, 4-ペンタントリオール、1, 3, 5-ペンタントリオール、2, 3, 4-ペンタントリオール、2-メチル-2, 3, 4-ブタントリオール、トリメチロールエタン、2, 3, 4-ヘキサントリオール、2-エチル-1, 2, 3-ブタントリオール、トリメチロールプロパン、4-プロピル-3, 4, 5-ヘプタントリオール、ペンタメチルグリセリン(2, 4-ジメチル-2, 3, 4-ペンタントリオール)、トリエタノールアミン、トリイソプロパノールアミン等の3価アルコール；ペンタエリスリトール、1, 2, 3, 4-ペンタントロール、2, 3, 4, 5-ヘキサンテトロール、1, 2, 4, 5-ペンタントロール、1, 3, 4, 5-ヘキサンテトロール、ジグリセリン、ジトリメチロールプロパン、ソルビタン、N, N, N', N'-テトラキス(2-ヒドロキシエチル)エチレンジアミン、N, N, N', N'-テトラキス(2-ヒドロキシプロピル)エチレンジアミン等の4価アルコール；アドニトール、アラビトール、キシリトール、トリグリセリン等の5価アルコール；ジペンタエリスリトール、ソルビトール、マンニトール、イジトール、イノシトール、ダルシトール、タロース、アロース等の6価アルコール；蔗糖等の8価アルコール等が挙げられる。こうしたポリオールの中でも、炭素数2～20のポリオールが好ましく、炭素数2～14の2～4価アルコールがより好ましい。

【0019】また、一般式(3)において、 A^3O はオキシアルキレン基を表わす。オキシアルキレン基としては、炭素数2~4のオキシアルキレン基であることが好ましい。一般式(3)の $(A^3O)_n$ の部分は、エチレンオキサイド、プロピレンオキサイド、ブチレンオキサイド、テトラヒドロフラン(1,4-ブチレンオキサイド)、長鎖 α -オレフィンオキサイド、スチレンオキサイド等のアルキレンオキサイド等を付加重合することに



【0024】一般式(4)～(7)において、EOはオキシエチレン基を表わし、POはオキシプロピレン基を表わす。また、オキシエチレン基の重合度c、e、g及びi、又はオキシプロピレン基の重合度d、f、h及びjは、それぞれ1以上の数である。

【0025】c～jは、一般式(3)で表わされるポリエーテルの場合と同様に、一般式(4)～(7)のポリエーテルの数平均分子量が、好ましくは500～50,000、より好ましくは700～20,000、更に好

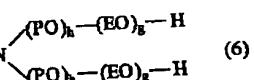
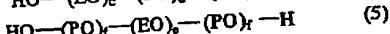
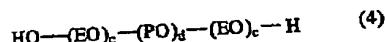
より得ることができる。付加させるアルキレンオキサイド等の重合形態は特に限定されず、1種類のアルキレンオキサイド等の単独重合、2種類以上のアルキレンオキサイド等のランダム共重合、ブロック共重合又はランダム/ブロック共重合等であってよいが、ブロック共重合の方が、被加工物の加工精度が向上し、好ましい。 $(A^3O)_n$ の部分が2種以上のオキシアルキレン基からなるボリオキシアルキレン基である場合は、1種はオキシエチレン基であることが好ましく、オキシエチレン基とオキシプロピレン基であることが更に好ましい。

【0020】 $(A^3O)_n$ の部分に含まれるオキシエチレン基の好ましい含有量の範囲は、 $(A^3O)_n$ の部分の重合形態により異なる。すなわち、 $(A^3O)_n$ の部分がランダム共重合である場合には、 $(A^3O)_n$ の部分に含まれるオキシエチレン基の含有量は、好ましくは5～95モル%、より好ましくは20～80モル%である。また、 $(A^3O)_n$ の部分がプロック共重合である場合は、 $(A^3O)_n$ の部分に含まれるオキシエチレン基の含有量は、好ましくは5～70モル%、より好ましくは10～50モル%である。 $(A^3O)_n$ の部分がオキシエチレン基の含有量70モル%以上のプロック共重合である場合は、泡立ちが大きく作業性が低下することがある。

【0021】重合度aは2以上の数であり、一般式
(3)で表わされるポリエーテルの数平均分子量が、好みしくは500~50,000、より好ましくは700~20,000、更に好ましくは800~10,000となるような重合度aであることが良い。bはポリオールの水酸基の数と同数を表す2以上の数である。

【0022】こうした一般式(3)で表わされるポリエーテルの中でも、下記の一般式(4)～(7)で表わされるポリエーテルが好ましい。

【0023】



ましくは800~10,000となるような重合度であることが良い。ポリオキシアルキレン鎖中のオキシエチレン基の含有量は、一般式(4)又は一般式(6)においては5~20モル%、一般式(5)又は一般式(7)においては5~50モル%であることが好ましい。本発明の水系ラップ液は、上記(A)成分及び(B)成分に加えて、(C)成分である水を含有する。

【0026】本発明のラップ液において、(A)成分の含有量は、ラップ液全量に対して3～70質量%であることが好ましく、5～50質量%であることがより好ましい。(A)成分の含有量が3質量%未満の場合は、砥粒の分散性及び分散安定性が低下することがあり、70

質量%を超える場合は、(B)成分の相対的な含有量が減り加工精度が低下することがある。(B)成分の含有量は10~50質量%であることが好ましく、15~40質量%であることが更に好ましい。(B)成分の含有量が10質量%未満の場合は、加工精度が低下することがある。また、(C)成分である水の含有量は、ラップ液全量に対して10~80質量%であることが好ましく、15~50質量%であることが更に好ましい。

(C)成分の水の含有量が10質量%未満の場合は、(A)成分と(B)成分が分離を起こすことがあり、80質量%を超える場合は、ラップ液という濃厚液の形態で供給する意義が薄れ、ラップ液の輸送、取り扱い、貯蔵場所等の問題が起る。

【0027】本発明の水系ラップ液は、工具及び機械等の防錆のために、更に、(D)成分として防錆剤を含有することが好ましい。防錆剤としては有機カルボン酸塩、スルホン酸塩、酸性リン酸エステル塩、ホスホン酸塩、無機酸塩、アルキルアミンのエチレンオキサイド付加物、多価アルコール部分エステル、カルボン酸アミド等が挙げられる。

【0028】有機カルボン酸塩の有機カルボン酸としては、例えば、オクタン酸(カブリル酸)、デカン酸(カブリル酸)、2-エチルヘキサン酸、ノナン酸(ペラルゴン酸)、イソノナン酸、ラウリン酸、イソデカン酸、ドデカン酸、ミリスチン酸、バルミチン酸、ステアリン酸、イソステアリン酸、ウンデセン酸、オレイン酸、リノール酸、アラキニ酸、12-ヒドロキシステアリン酸、リシノール酸等の脂肪族1塩基酸；マロン酸、コハク酸、グルタル酸、アジピン酸、ピメリン酸、スペリン酸、アゼライン酸、セバシン酸、ドデカン二酸、ブラシル酸、アルケニルコハク酸等の脂肪族二塩基酸；サリチル酸、アルキルサリチル酸、フタル酸、イソフタル酸、テレフタル酸、ヘミメリット酸、トリメリット酸、トリメシン酸、ピロメリット酸、ナフタレンカルボン酸等の芳香族カルボン酸；ダイマー酸、トリマー酸、ナフテン酸、9(又は10)- (4-ヒドロキシフェニル)オクタデカン酸等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤、油性剤又は防腐剤として働くものもある。

【0029】スルホン酸塩のスルホン酸としては、例えば、石油スルホン酸、アルキルベンゼンスルホン酸、 α -オレフィンスルホン酸、ナフタレンスルホン酸等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤として働くものもある。酸性リン酸エステル塩の酸性リン酸エステルとしては、例えば、オクタノールの(モノ又はジ)リン酸エステル、ラウリルアルコールの(モノ又はジ)リン酸エステル、オレイルアルコールの(モノ又はジ)リン酸エステル、ブチルアルコールエトキシレートの(モノ又はジ)リン酸エステル、オレイルアルコールエトキシレートの(モノ又はジ)リン酸エステル等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤として働くものもある。

ある。

【0030】ホスホン酸塩のホスホン酸としては、例えば、アミノトリメチレンホスホン酸、1-ヒドロキシリリデン-1、1-ジホスホン酸等が挙げられる。また、無機酸としては、例えば、(ポリ)リン酸、ケイ酸、ホウ酸等が挙げられる。これらの酸と塩を形成する塩基成分としては、例えば、無機アルカリ、アミン等が挙げられる。無機アルカリとしては、例えば、水酸化カリウム、水酸化ナトリウム、水酸化セシウム、炭酸カリウム、炭酸ナトリウム等のアルカリ金属水酸化物又はアルカリ金属炭酸塩；水酸化カルシウム、水酸化マグネシウム、酸化マグネシウム等のアルカリ土類金属水酸化物又はアルカリ土類金属酸化物等が挙げられる。

【0031】アミンとしては、例えば、アンモニア；(モノ、ジ、又はトリ)メチルアミン、(モノ、ジ、又はトリ)エチルアミン、(モノ、ジ、又はトリ)プロピルアミン、(モノ、ジ、又はトリ)イソプロピルアミン、(モノ、ジ、又はトリ)ブチルアミン、(モノ、ジ、又はトリ)オクチルアミン、(モノ、ジ、又はトリ)2-エチルヘキシルアミン、(モノ、ジ、又はトリ)デシルアミン、(モノ又はジ)ドデシルアミン、(モノ又はジ)トリデシルアミン、(モノ又はジ)テトラデシルアミン、(モノ又はジ)ヘキサデシルアミン、(モノ又はジ)オクタデシルアミン、(モノ又はジ)オレイルアミン、エチレンジアミン、ジエチレントリアミン、ヘキサメチレンジアミン、ピペラジン、1-(2-アミノエチル)ピペラジン、N-メチルピペラジン、シクロヘキシルアミン、ベンジルアミン、モルホリン等のアルキルアミン；(モノ、ジ、又はトリ)エタノールアミン、(モノ、ジ、又はトリ)イソプロパノールアミン、N-メチルジエタノールアミン、N-メチル-N、N-ジメチルエタノールアミン、N-エチルジエタノールアミン、N-ブチルジエタノールアミン、N-オクチルジエタノールアミン、N-2-エチルヘキシルジエタノールアミン、N-デシルジエタノールアミン、N-トリデシルジエタノールアミン、N-テトラデシルジエタノールアミン、N-ヘキサデシルジエタノールアミン、N-オクタデシルジエタノールアミン、N-オレイルジエタノールアミン、N-(β -アミノエチル)エタノールアミン、N-シクロヘキシルジエタノールアミン、N, N, N', N'-テトラキス(2-ヒドロキシエチル)エチレンジアミン、N, N, N', N'-テトラキス(2-ヒドロキシプロピル)エチレンジアミン等のアルカノールアミン等が挙げられる。

【0032】また、多価アルコール部分エステルとしては、例えば、グリセリンラウレート、グリセリンミリステート、グリセリンパルミテート、グリセリンステアレート、グリセリンオレート、ジグリセリンステアレート

等のグリセリンエステル；ジグリセリンラウレート、ジグリセリンオレート等のジグリセリンエステル；ソルビタンラウレート、ソルビタンミリステート、ソルビタンパルミテート、ソルビタンステアレート、ソルビタンオレート等のソルビタンエステル等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤又は油性剤として働くものもある。

【0033】カルボン酸アミドとしては、例えば、アルケニルコハク酸アミド、ラウリン酸モノエタノールアミド、ラウリン酸ジエタノールアミド、ミリスチン酸モノエタノールアミド、ミリスチン酸ジエタノールアミド、パルミチン酸モノエタノールアミド、パルミチン酸ジエタノールアミド、ステアリン酸モノエタノールアミド、ステアリン酸ジエタノールアミド等が挙げられる。これらの中には、分散剤、乳化剤、油性剤として働くものもある。

【0034】こうした防錆剤の中でも、有機カルボン酸塩が好ましく、中でも脂肪族二塩基酸塩が好ましい。また、有機カルボン酸塩の有機カルボン酸と塩を形成する塩基成分としては、アルカノールアミンが好ましい。

(D) 成分である防錆剤の含有量は、ラップ液全量に対して0.3～30質量%であることが好ましく、0.5～10質量%であることが更に好ましい。(D) 成分である防錆剤の含有量が、0.3質量%に満たない場合は、防錆効果が十分でない場合があり、30質量%を超える場合には、相対的に(A)成分や(B)成分の含有量が減少するので、加工精度が低下する場合がある。

【0035】本発明のラップ液においては、必要に応じて、増粘剤、乳化剤、消泡剤、溶剤、防腐剤、金属不活化剤等を添加することができる。また、これらは、本発明のラップ液又はその水希釈液に砥粒を分散させてラップ剤とする段階で添加してもよい。

【0036】増粘剤としては、例えば、キサンタンガム、メチルセルロース、エチルセルロース、ヒドロキシエチルセルロース、ヒドロキシプロピルセルロース、カルボキシメチルセルロース、ポリビニルアルコール、ポリアクリル酸、ポリアクリルアミド、ポリピロリドン、ポリエチレンオキシド、水溶性ウレタン化合物等が挙げられる。

【0037】乳化剤としては、例えば、長鎖アルコールエトキシレート、長鎖アルコールエトキシレート硫酸エステル塩、長鎖アルコール硫酸エステル塩、アルキルスルホン酸塩、アルキルベンゼンスルホン酸塩等が挙げられる。消泡剤としては、例えば、ポリオキシプロピレンアルキルエーテル、シリコーン油、フルオロシリコーン油等が挙げられる。

【0038】溶剤としては、例えば、エチレングリコール、ジエチレングリコール、トリエチレングリコール、プロピレングリコール、ジプロピレングリコール、トリプロピレングリコール、グリセリン、ブチルセロソル

ブ、ブチルカルビトール、プロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコールメチルエーテル、トリプロピレングリコールメチルエーテル、ジプロピレングリコールブチルエーテル等が挙げられる。

【0039】防腐剤としては、例えば、2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オノン、5-クロル-2-メチル-4-イソチアゾリン-3-オノン、ベンズ-4-イソチアゾリン-3-オノン、2-オクチル-4-イソチアゾリン-3-オノン、デヒドロ酢酸、ピリジン-2-チオール-1-オキシド塩、N, N', N'’-トリス(2-ヒドロキシエチル)ヘキサヒドロ-S-トリアジン、2,2-ジプロム-2-ニトロトリエタノール、パラクロルメタクレゾール、2-プロム-2-ニトロ-1,3-プロパンジオール、パラオキシ安息香酸エステル、塩化ベンザルコニウム、1,2-ジプロム-2,4-ジシアノブタン等が挙げられる。金属不活性化剤としては、例えば、メルカプトベンゾチアゾール、ベンゾトリアゾール、トリルトリアゾール、ベンゾイミダゾール等が挙げられる。

【0040】本発明の水系ラップ液は、水で希釈した後、砥粒を添加・分散させてラップ剤として、切断加工、研磨加工等に使用される。水による希釈倍率は、加工方法、加工条件、被加工物の種類、被加工物の形状等によって異なるが、5～150質量倍であることが好ましく、10～100質量倍が更に好ましい。水による希釈する倍率が150質量倍を超える場合は、砥粒の分散安定性が低下するためである。

【0041】本発明の水系ラップ剤に添加・分散させる砥粒(ラッピング用研磨剤)は、通常用いられているものであればよい。例えば、アルミナ、シリカ、酸化チタン、酸化鉄、エメリー、酸化クロム、酸化セリウム、酸化ジルコニウム、窒化ホウ素、炭化ケイ素、炭化ホウ素、炭化タンクス、炭化チタン、炭化ジルコニウム、炭化チタン、ダイヤモンド等が挙げられる。通常、粒径は、3～16μm程度である。

【0042】本発明の水系ラップ液に添加する砥粒の量は、砥粒添加後の水系ラップ剤中の砥粒含有量が、水系ラップ剤全量に対して、10～60質量%であることが好ましい。砥粒の配合量が10質量%未満では、加工効率が低下することがあり、60質量%を超えると研磨剤の粘度が上昇し、作業性が悪化すると共に、砥粒の分散安定性が悪くなることがあるためである。

【0043】本発明の水系ラップ液又は水系ラップ剤は、従来、水系ラップ剤が用いられてきた加工分野、即ち、半導体、水晶、超硬工具、金属部品、ガラス、セラミックス等の脆性材料の切断加工の分野、又は、研磨加工の分野で使用することができる。

【0044】切断加工の分野においては、外周刃による切断法、内周刃による切断法、ワイヤソーによる切断法、ブレードソーによる切断法等の様々な切断方法に使

表1

	(A)	(B)	(C)	(D)	その他
実施例	1 A-1(10)	B-1(30), B-2(10)	(33)	D-1(12)	(5)
	2 A-2(20)	B-2(30)	(33)	D-2(12)	(5)
	3 A-3(30)	B-3(30)	(23)	D-1(12)	(5)
	4 A-4(15)	B-2(10), B-4(20)	(38)	D-2(12)	(5)
	5 A-4(20)	B-4(25)	(38)	D-1(12)	(5)
	6 A-5(20)	B-4(25)	(38)	D-2(12)	(5)
	7 A-6(30)	B-5(20)	(33)	D-1(12)	(5)
	8 A-1(20)	B-6(30)	(33)	D-2(12)	(5)
	9 A-1(15), A-3(15)	B-7(30)	(23)	D-1(12)	(5)
	10 A-1(15), A-3(10)	B-8(20)	(38)	D-2(12)	(5)
	11 A-1(20), A-3(20)	B-9(25)	(18)	D-2(12)	(5)
比較例	1 A'-1(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	2 A'-2(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	3 A'-3(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	4 A'-4(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	5 A'-5(25)	B-2(30)	(28)	D-2(12)	(5)
	6 A'-1(30)	B-7(30)	(23)	D-1(12)	(5)
	7 A'-2(30)	B-7(30)	(23)	D-1(12)	(5)
	8 A'-3(30)	B-7(30)	(23)	D-1(12)	(5)

*:表中の()内の数字は、組成物全量に対する割合(%)である。

【0052】(砥粒分散性評価試験) 表1に示すラップ

液をイオン交換水にて50倍に希釈した液100mLを共栓付き100mLメスシリンダーに取り、アルミニナ砥粒(フジミインコーポレーテッド FO #1200)を20g加えた。この共栓付きメスシリンダーを100回、上下に振蕩して上記ラップ液に配合されたアルミニナ砥粒を含む成分を分散・懸濁させてラップ剤とした。その後、メスシリンダーを静置し、沈降固相が最高高さに達するまでの時間により砥粒分散性を評価した。尚、砥粒分散性の評価判定は、以下の基準にて行った。結果を表2に示す。

◎: 静置後60分でも完全に沈降しなかった。

○: 静置後41~60分で沈降した。

△: 静置後21~40分で沈降した。

×: 静置後20分以内に沈降した。

【0053】(砥粒再分散性評価試験) 砥粒分散性評価試験後のメスシリンダーを、更に24時間静置した。所定時間後、メスシリンダーを100回、上下に倒置させ砥粒の再分散性を評価した。尚、砥粒再分散性の評価判定は、以下の基準にて行った。結果を表2に示す。

○: 砥粒が完全に再分散した。

△: 一部沈殿が残った。

×: ほとんど分散しなかった。

【0054】

表2

	砥粒分散性	砥粒再分散性
実施例	1 ○	○
	2 ○	○
	3 ○	○
	4 ○	○
	5 ○	△
	6 ○	△
	7 ○	○
	8 ○	○
	9 ○	○
	10 ○	○
	11 ○	○
比較例	1 ○	○
	2 △	×
	3 ×	×
	4 ×	×
	5 ×	×
	6 ○	○
	7 △	×
	8 ×	×

【0055】表2の結果から明らかなように、本発明のラップ剤は、ノニルフェニルエトキシレート系の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例1及び比較例6）と同程度で、他の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例2～5、7及び8）よりも優れた砥粒分散性及び砥粒再分散性を示している。

【0056】（切断加工試験）上記の砥粒分散性評価試験及び砥粒再分散性評価試験と同様の組成のラップ剤を使用し、マルチワイヤーにて人工水晶（幅6.5mm、高さ2.0mm、長さ17.0mm）及びシリコン単結晶（直径1.02mm、長さ19.0mm）を以下の条件で切断（スライシング）した。結果を表3に示す。

ワイヤの種類：SWPプラスメッキ

ワイヤ線径：0.16φmm

ワイヤ張力：1.5kg

ワイヤ本数：106本

ワイヤ繰出量：2.0m/min

ラップ剤温度：20°C

【0057】

表3

	人工水晶		シリコン単結晶	
	加工時間 (分)	平均加工速度 (μm/分)	加工時間 (分)	平均加工速度 (μm/分)
実 施 例	1	108	185	116
	2	112	179	106
	3	109	183	120
	4	114	175	125
	5	121	165	110
	6	138	145	132
	7	135	148	130
	8	115	174	105
	9	114	175	108
	10	115	174	124
	11	109	183	113
比 較 例	1	104	192	105
	2	151	132	240
	3	220	91	233
	4	237	84	251
	5	196	102	226
	6	102	196	115
	7	142	141	218
	8	178	112	262

【0058】表3の結果から明らかなように、本発明のラップ剤の加工時間（切断に要した時間）は、ノニルフェニルエトキシレート系の砥粒分散剤を用いたラップ剤

（比較例1及び比較例6）と同程度で、他の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例2～5、7及び8）よりも短時間であり、本発明のラップ剤が優れた性能を有していることを示している。

【0059】（研磨加工試験）上記の砥粒分散性評価試験及び砥粒再分散性評価試験と同様の組成のラップ剤を使用して、シリコンウエーハ用ラッピング装置にてスライシングされた直径1.02mmのシリコンウエーハについて研磨加工（ラッピング）を行なった。尚、各ラップ液についてそれぞれ約200枚の研磨加工を行ない、研磨後のシリコンウエーハについて、擦り傷、割れ、ウエーハ表面の微小なクラックの発生率を求めた。結果を表4に示す。

【0060】

表4

	不良品発生率(%)		
	擦り傷	割れ	微小表面クラック
実 施 例	1	0.0	0.0
	2	0.5	0.0
	3	0.5	0.0
	4	0.5	0.0
	5	0.5	0.0
	6	1.0	0.0
	7	1.0	0.0
	8	0.5	0.0
比 較 例	1	1.0	1.0
	2	5.0	3.0
	3	8.5	5.5
	4	3.5	3.5
	5	8.0	4.5

【0061】表4の結果から、本発明のラップ剤の不良品発生率は、ノニルフェニルエトキシレート系の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例1）と、同等若しくはそれ以下であり、他の砥粒分散剤を用いたラップ剤（比較例2～5）では、不良品発生率が非常に多い。

【0062】（生分解性試験）JIS K 0102（工場排水試験方法）の生物化学的酸素消費量（BOD）測定方法に準拠し、（A）成分である砥粒分散剤0.1%水溶液についてBODを測定した。但し、JIS K 0102に定められた放置日数は5日間であるが、本試験では放置日数を14日間とした。結果を表5に示す。

【0063】

表5

砥粒分散剤	14日後のBOD (mgO/L)
A-1	810
A-2	770
A-3	630
A-4	810
A-5	680
A-6	830
A'-1	8
A'-2	770
A'-5	890

【0064】表5の結果から明らかなように、本発明の(A)成分であるA-1～A-6のBODは、A'-1よりも高く、A'-2、A'-5と同程度である。これは、A'-1(ノニルフェニルエトキシレート)がほとんど生分解されないのに対し、A-1～A-6が、生分解されやすいことを示している。

【0065】

【発明の効果】本発明の水系ラップ液及び水系ラップ剤は、アルキルフェノール系の化合物を使用していないため、生分解性が良好であり、且つ、化学物質が生物の内分泌系を搅乱するというエンドocrin問題の懸念がないにも関わらず、アルキルフェノール系の砥粒分散剤を用いたラップ液及びラップ剤と同等の、優れた砥粒分散性、切断加工性及び研磨加工性を有する。

フロントページの続き

(51) Int. Cl. ⁷

識別記号

F I

テーマコード(参考)

C 1 O M 129/16

C 1 O M 129/16

145/30

145/30

173/00

173/00

// C 1 O N 40:22

C 1 O N 40:22

F ターム(参考) 3C058 AA07 CB03

4D077 AA02 AC05 DC08Z DC12Z
DC15Z DC19X DC43Z DC45X
DD08X DD09X DD32X DD33X
DD35X DD43X DE07X DE08X
DE20X

4H104 AA01Z BB46C CB16C DA02A
EB10 PA22 RA01